

KK
FF 12 / 03

Had
P

SKRIPSI

ULIF HADIYANTO

**PENGARUH TRIETILAMINA TERHADAP
KECEPATAN ASETILASI KUERSETIN DENGAN
PEREAKSI ANHIDRIDA ASETAT**



MILIE
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
BAGIAN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2002**

TRIETILAMINA

PENGARUH TRIETILAMINA TERHADAP KECEPATAN ASETILASI KUERSETIN DENGAN PEREAKSI ANHIDRIDA ASETAT

SKRIPSI

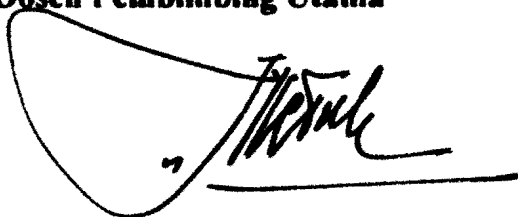
**Dibuat untuk memenuhi syarat mencapai gelar
Sarjana Sains pada Fakultas Farmasi
Universitas Airlangga
2002**

Oleh :
ULIF HADIYANTO
NIM. 059711921

Telah Disetujui Oleh :



Dosen Pembimbing Utama

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, sweeping loop followed by a series of smaller, connected strokes.

Prof. Dr. G.N. ASTIKA, Apt.
NIP. 130 368 707

Dosen Pembimbing Serta

A handwritten signature in black ink, featuring a prominent, stylized 'H' followed by several connected, fluid strokes.

HADI POERWONO, MSc., PhD., Apt
NIP. 131 831 452

RINGKASAN

PENGARUH TRIETILAMINA TERHADAP KECEPATAN ASETILASI KUERSETIN DENGAN PEREAKSI ANHIDRIDA ASETAT

Ulif Hadiyanto

Kuersetin adalah senyawa golongan flavonoid yang memiliki aktivitas sebagai antioksidan, anti kanker, dan anti fertilitas. Dengan keanekaragaman aktivitas itu maka dibuat turunan baru yang nantinya diharapkan memiliki aktivitas yang lebih baik dan efek samping yang jauh berkurang.

Kuersetin memiliki lima gugus aktif yaitu gugus $-OH$. Gugus-gugus tersebut akan disubstitusi untuk mendapatkan senyawa baru yang diharapkan memiliki aktivitas yang lebih baik dari senyawa induknya. Asetilasi merupakan substitusi yang paling sederhana dalam hal untuk mendapatkan turunan baru. Asetilasi kuersetin dilakukan dengan menggunakan metode Markham. Asetilasi berakhir dengan masuknya gugus asetil menggantikan semua atom H dari gugus $-OH$. Sintesis ini berlangsung lama sehingga perlu dicari cara untuk meningkatkan kecepatan reaksinya.

Asetilasi menurut metode Markham menggunakan pereaksi anhidrida asetat dan piridina sebagai pelarut sekaligus sebagai katalis. Modifikasi yang dilakukan untuk meningkatkan kecepatan asetilasi kuersetin menurut metode Markham adalah dengan menambahkan katalis baru yang lebih kuat dari piridina. Dipilih trietilamina yang segolongan dengan piridina namun memiliki kebiasaan yang lebih kuat dari piridina. Dengan penambahan trietilamina maka larutan akan lebih basa, sehingga reaksi diharapkan lebih cepat.

Tujuan penelitian ini adalah untuk melihat pengaruh penambahan trietilamina terhadap kecepatan asetilasi kuersetin yang memakai metode Markham. Kecepatan reaksi menurut metode Markham dibandingkan dengan reaksi menurut metode Markham dengan penambahan trietilamina.

Dalam percobaan ini kedua macam reaksi (dengan dan tanpa trietilamina) diperlakukan dengan empat macam waktu reaksi berturut-turut adalah 12, 24, 36 dan 48 jam. Jadi dalam percobaan ini ada delapan sampel. Analisis hasil reaksi dilakukan terhadap senyawa hasil reaksi yang sudah diisolasi dan dimurnikan.

Semua sampel memperlihatkan adanya produk mayor yang sangat dominan terhadap produk minor. Dari uji KLT ditunjukkan adanya dua noda dengan harga R_f keduanya di atas R_f kuersetin. Perbandingan konsentrasi noda atas (mayor) terhadap noda bawah (minor) secara analisis densitometri dari hasil reaksi menurut metode Markham pada lama reaksi 12, 24, 36, dan 48 jam berturut-turut adalah 84,4% : 15,6%, 85,7% : 14,3%, 91,6% : 8,4%, dan 92,1% : 7,9%. Sedangkan suhu lebur masing-masing berturut-turut adalah 177 °C, 177 °C, 177 °C, dan 185 °C. Konsentrasi noda atas dengan dibawahnya dari hasil asetilasi metode Markham dengan penambahan trietilamina selama 12 jam sama dengan asetilasi metode Markham non trietilamina selama 48 jam sedangkan pada hasil reaksi selama 24 jam

menunjukkan perbandingan 94,6% : 5,4%, hasil reaksi selama 36 jam adalah 93,8% : 6,2%, dan hasil reaksi selama 48 jam adalah 95,7% : 4,2%. Suhu lebur semua kristal hasil asetilasi metode Markham dengan penambahan trietilamina adalah 185° C. Identifikasi senyawa hasil reaksi dengan spektrofotometri UV-Vis lewat cara pergeseran batokromik menunjukkan substitusi pada kelima gugus aktif kuersetin. Analisis spektrofotometri infra merah hasil reaksi memperlihatkan adanya puncak baru yaitu gugus C=O pada bilangan gelombang 1778,51 cm⁻¹ dan gugus C-O pada bilangan gelombang 1180,54 cm⁻¹, sedangkan bilangan gelombang yang menunjukkan adanya gugus -OH sudah tidak ada. Jadi dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan trietilamina dapat mempercepat asetilasi kuersetin menurut metode Markham.

Perlu disarankan untuk mengetahui urutan masuk dari gugus asetil pada gugus -OH kuersetin dan bila ingin lebih mempercepat lagi asetilasi ini perlu adanya pengadukan secara kontinyu pada saat reaksi pembentukan karena dalam percobaan hanya didiamkan saja pada suhu kamar sesuai prosedur dari metode Markham.



ABSTRACT

Influence of Triethylamine on The Acetylation of Quercetin using Acetic Anhydride.

Quercetin was reported to have activity of antioxidant, anticancer, and antifertility. Synthesis of quercetin derivatives has a purpose of providing new compounds which have better activities or less side-effects. Acetylation was known as simple substitution providing derivatives. Acetylation of flavonoid using Markham method replaces all of hydrogen atom of hydroxy group by acetyl group, and then modify quercetin to quercetin pentaacetate. In this research, triethylamine was added to acetic anhydride and pyridine providing modified Markham method. Triethylamine acts as catalyst enhancing basicity that is responsible in the rate of acetylation. TLC-densitometry analysis showed the result of Markham method for 48 hours has two compounds with the ratio of 92.1% : 7.9%. The result of modified Markham method for 12 hours showed the same ratio as the above two components. The melting points of both mixtures were 185 °C. Analysis by uv-vis spectrophotometry using bathochromic shift method showed there was no -OH group on the resulted compound. Infrared spectrophotometry analysis showed the peaks of acetyl group. There were C=O group at the wavenumber of 1778.51 cm^{-1} and C-O group at 1180.54 cm^{-1} . The peak of -OH group was disappeared.

Keywords: quercetin, the rate of acetylation, triethylamine, Markham method, spectrophotometry.